



Statens vegvesen



Statens vegvesen

Testing av biogent bindemiddel

Analysemetoder for bestemmelse av mengde biogen tilsetning i bitumenprøver

Thomas Haukli Fiske
Fagspesialist bituminøse bindemidler
Sentrallaboratoriet Trondheim

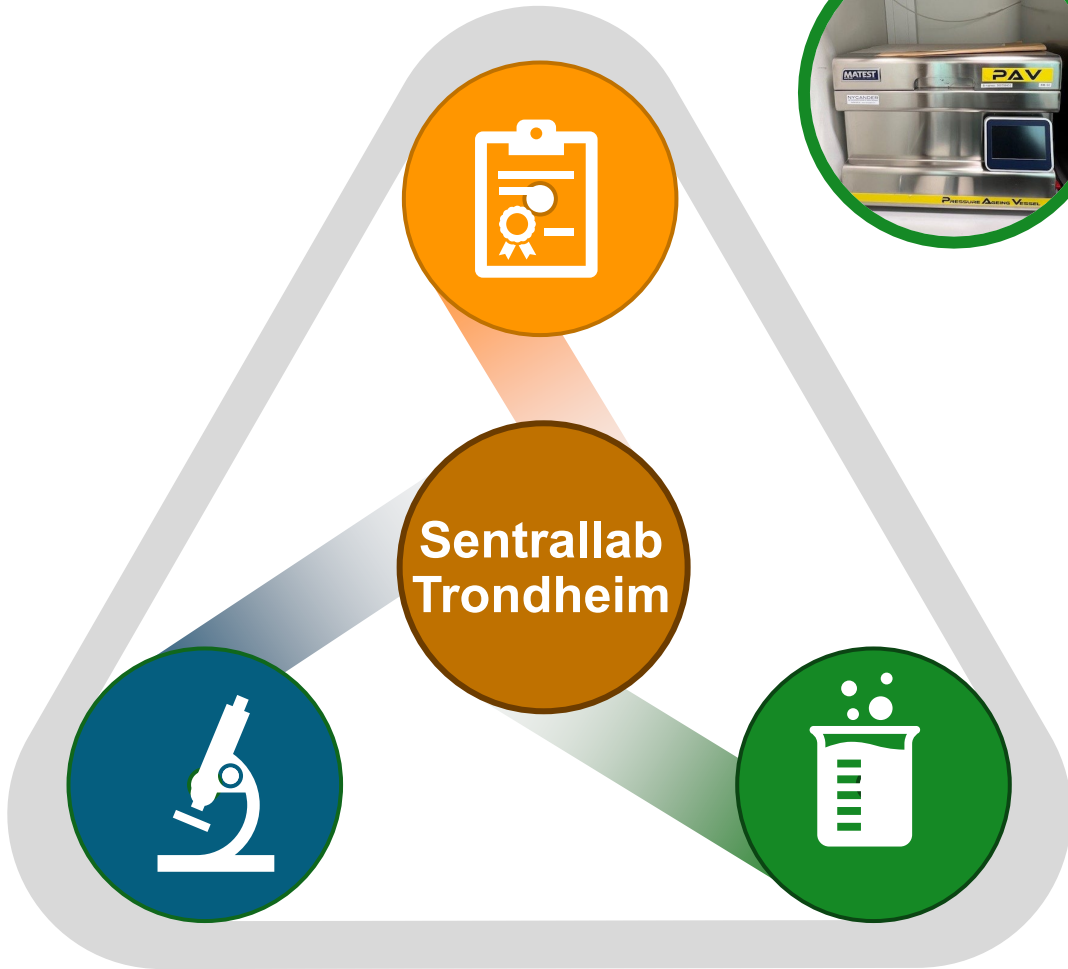


Agenda

- Introduksjon
- Typer biogene tilsetninger
- Mål og hensikt
- Analysemetoder bindemidler
- Analysemetoder for mengde biogen tilsetning
 - Fourier Transform Infrared Spectroscopy
 - C14-metoden
- Foreløpige resultater
- Oppsummering og videre arbeid



Introduksjon



Forskning og Utvikling

FoU-aktiviteten på laben vår inkluderer både langsiktige/strategiske FoU-programmer og kortere spissede prosjekter. Eksempler på temaer de siste 5 årene er LTA, klebing, rejuvenatorer og biogene tilsetninger.

Teknisk Kvalitetskontroll

- Prøver fra asfaltkontrakter for hele landet sendes til oss
- Stikkprøvekontroll med et rikt utvalg analysemetoder

Standarder og Håndbøker

Det jobbes kontinuerlig med oppdatering av analysemetoder via europeisk standardiseringsarbeid og egne håndbøker/retningslinjer.

Introduksjon – Hva er biogene tilsetninger?

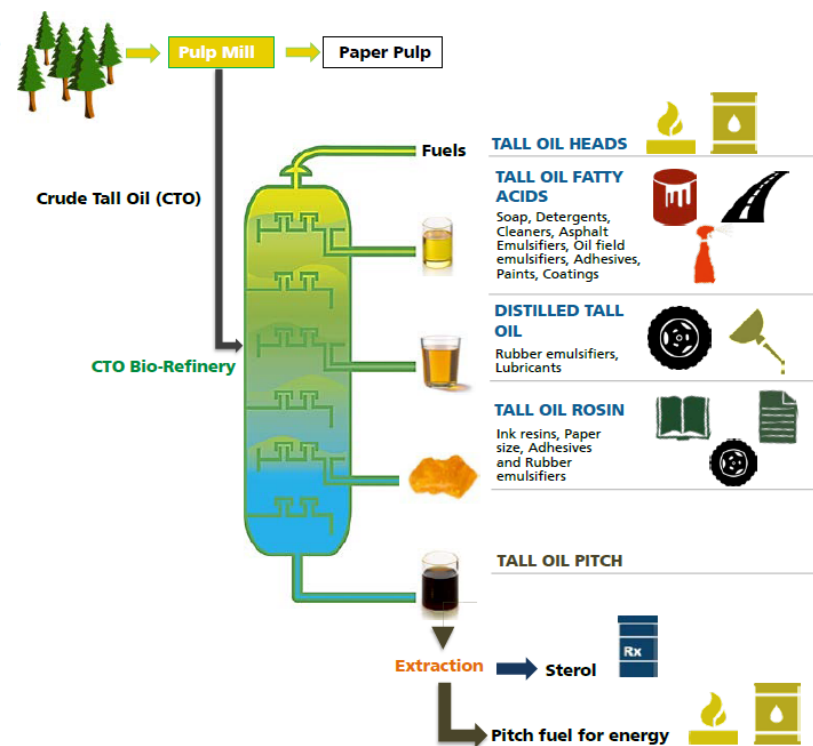
- ▶ Erstatter 5-30 % av bitumenet med biogent materiale
- ▶ Biogent materiale kan være:
 - ▶ Lignin
 - ▶ Destillert tallolje (TOP)
 - ▶ Andre bio-oljer og restprodukter fra treindustri (og annen industri)
- ▶ CO₂-vekting i kontrakter har gitt en enorm vekst i bruk av biogen tilsetning til bitumen



Tallolje – Raffineri og ulike produkter

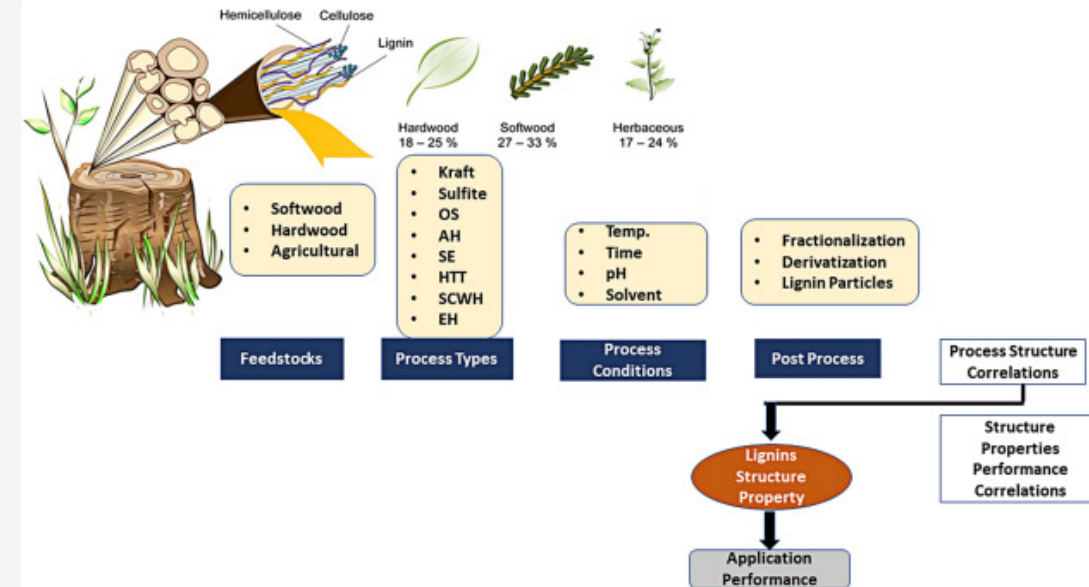
- ▶ 1 tonn treflis gir:
 - ▶ 500 kg papirmasse
 - ▶ 20 kg rå-tallolje (CTO)
 - ▶ 4-6 kg tallolje-bek (TOP)
- ▶ TOP har viskositet ved 60 °C i området 650 – 2250 mPas (som område som V1500)
- ▶ TOP er fullstending blandbart med bitumen, og i teorien like ekstraherbart
- ▶ Gode aldringsegenskaper og lavtemperaturegenskaper (i litteraturen)

Figure 2-1:
Cascading use in a pine
chemicals bio-refinery
(modified from
HARRPA-2015)



Lignin

- ▶ Mange typer lignin
 - ▶ Ulike råvarer og framstilling
- ▶ Begrenset løselighet i bitumen
 - ▶ Kan forbedres med kjemisk modifisering
 - ▶ Mindre ekstraherbart enn bitumen?
 - ▶ Hvordan bestemme bindemiddelinhold i asfalten?
- ▶ Lands som f.eks Sverige har utviklingsarbeid på lignin i asfalt
- ▶ Råvare til pyrolytisk bioolje
- ▶ Lettere tilgang på lignin enn på TOP



Mål og hensikt



Opparbeide kunnskap om ulike biogene tilsetninger, og dets effekter på bindemiddelets egenskaper

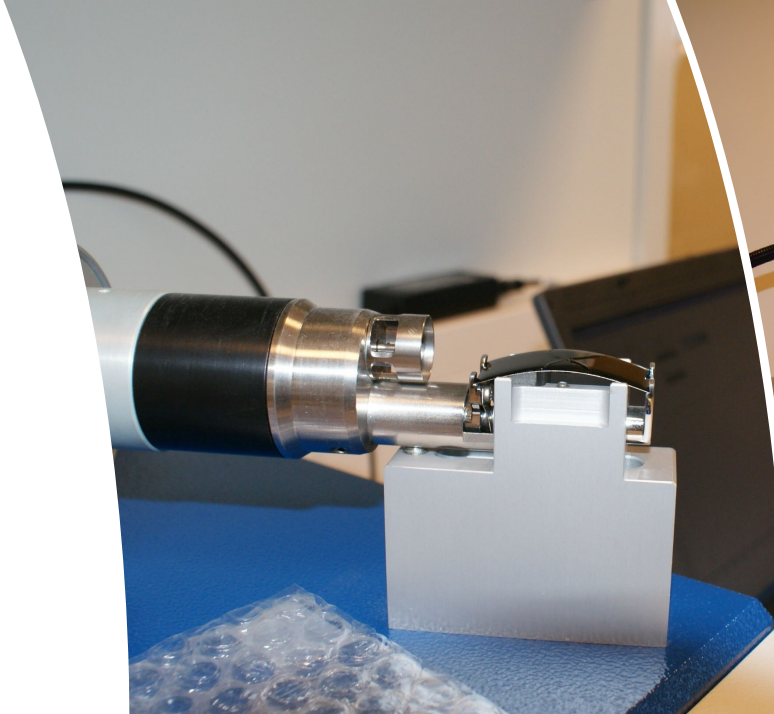


Analysere stikkprøver fra kontrakter som benytter biogene tilsetninger



Hovedmål i 2024: Finne en analysemetode for å bestemme mengde biogen tilsetning i en bindemiddelprøve

Interne Analysemetoder



Interne Analysemetoder 2

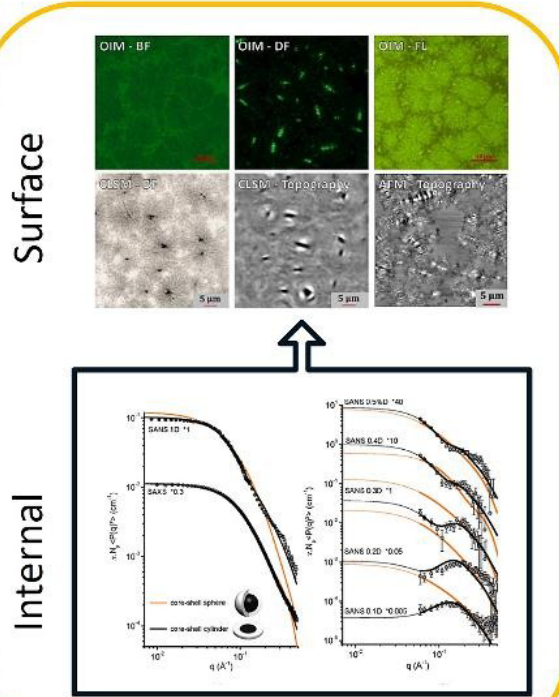


Avanserte bindemiddelanalyser

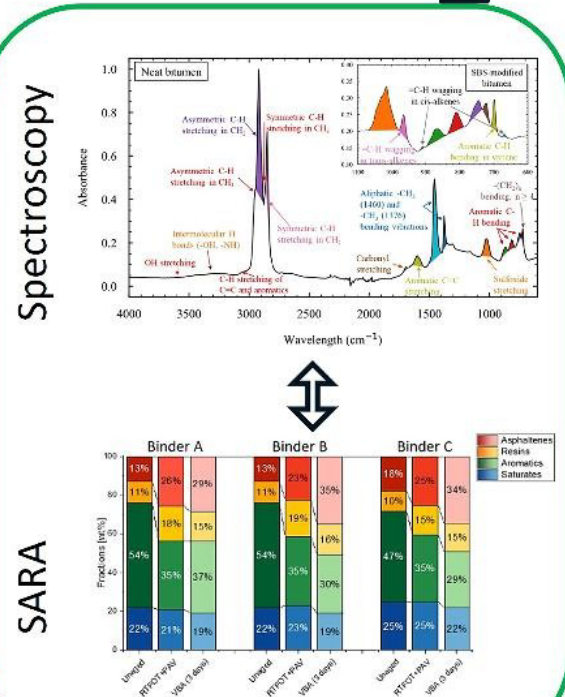


Bitumen microscale

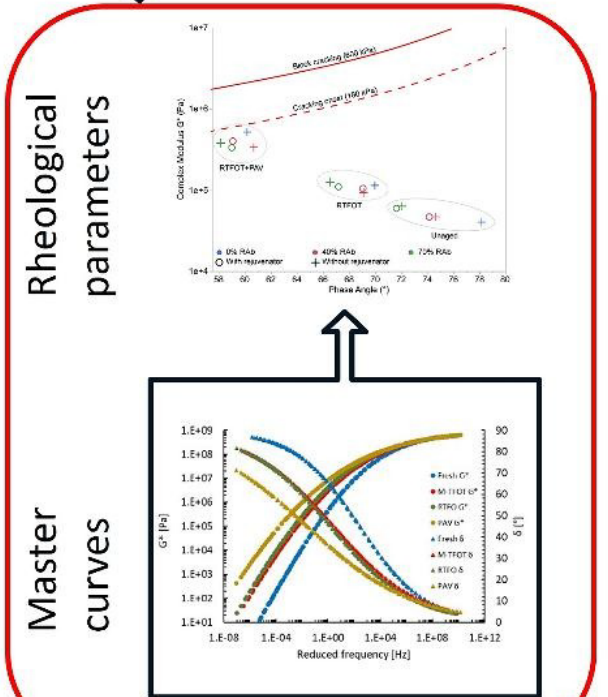
Structure



Chemistry



Rheology



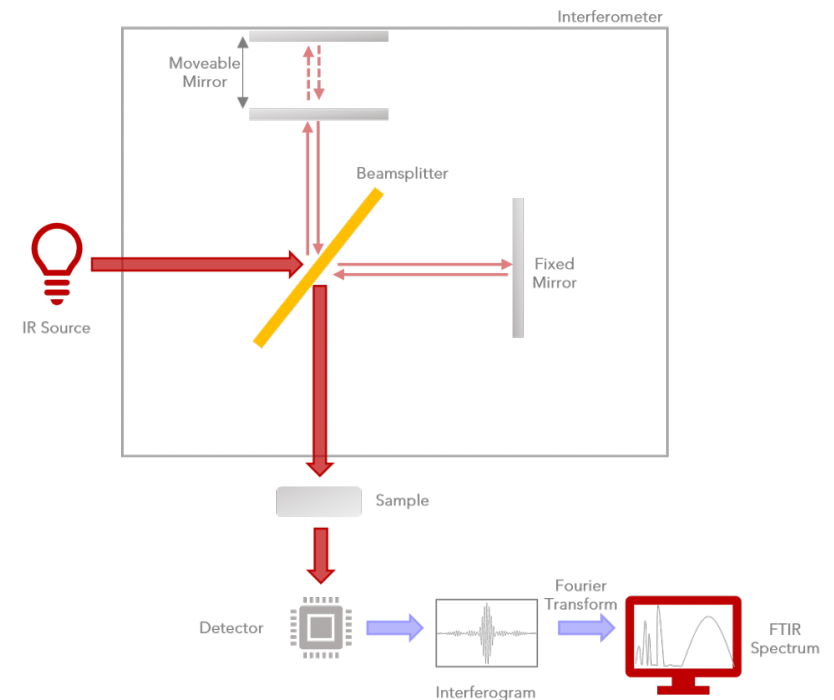
C14-metoden

- ▶ Analysem metode som utnytter radioaktiv nedbrytning av C14-isotoper
- ▶ Benyttes vanligvis til aldersbestemmelse av organisk materiale ($t_{1/2} = 5730$ år)
- ▶ C14 dannes kontinuerlig så lenge materialet er levende (fotosyntese)
- ▶ I fossilt bitumen vil alt C14 være nedbrutt til den stabile C12-isotopen
- ▶ Måling av forholdet $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ vil kunne kvantifisere biogent i en bitumenprøve



FTIR-spektroskopi

- Analysemetode for identifikasjon og kvantifisering av materialer
- Molekyler og kjemiske bindinger vibrerer ved ulike frekvenser
- IR-lyskilde treffer prøven ved ulike frekvenser → Leser av endringer etter absorpsjon
- Fourier-transformasjon gir det kjente spekteret som kan leses av



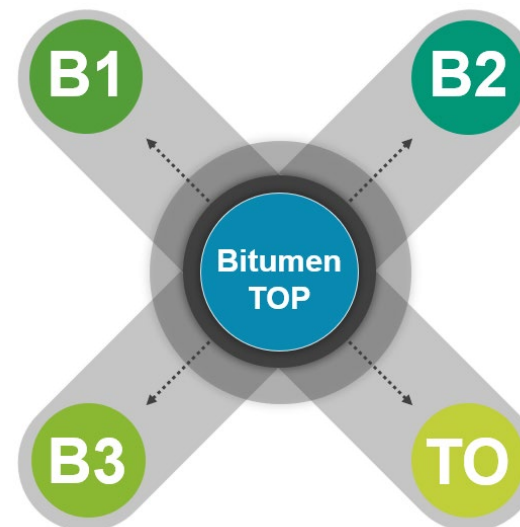
Resultater og diskusjon

Prøvegrunnlag

- ▶ Startet metodearbeidet med å sende inn stikkprøver fra 2023
- ▶ Ønsket å lage egne prøver for å ha full kontroll på mengder
- ▶ Det ble sendt inn 4 prøver til to forskjellige laboratorier på NTNU

Ren bitumen

Bitumen + 9.3%
TOP



Bitumen + 5%
TOP

Ren tallolje

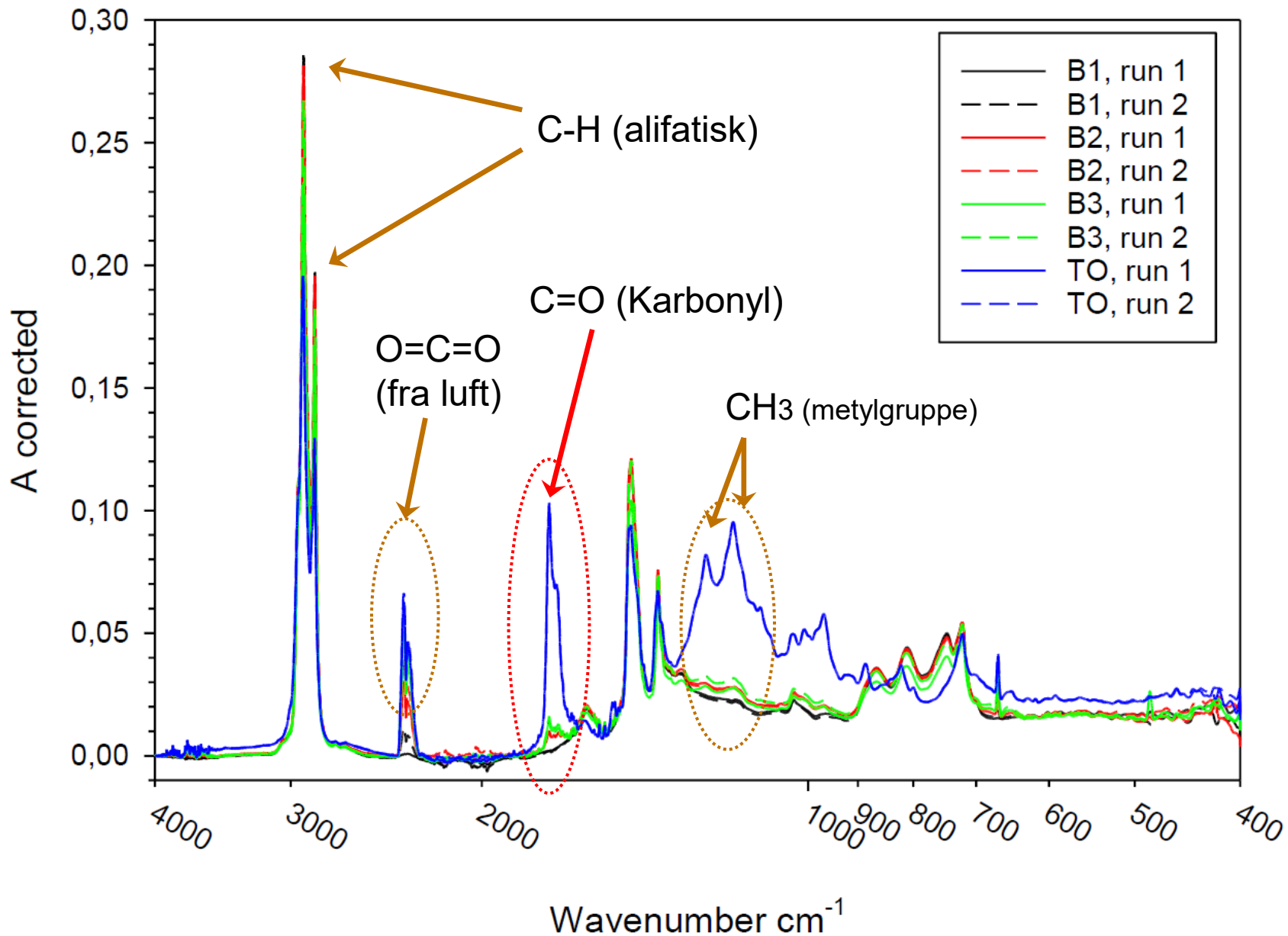
Resultater og diskusjon

C14-resultater

Sample	Actual TOP content (%)	C-14 testing results (%)
B2	5	5.1
B3	9.5	9.7
A60	25	20.8
A61	11	9.3
Ent. 1	8	7.2

Resultater og diskusjon

FTIR-resultater



FTIR-beregning

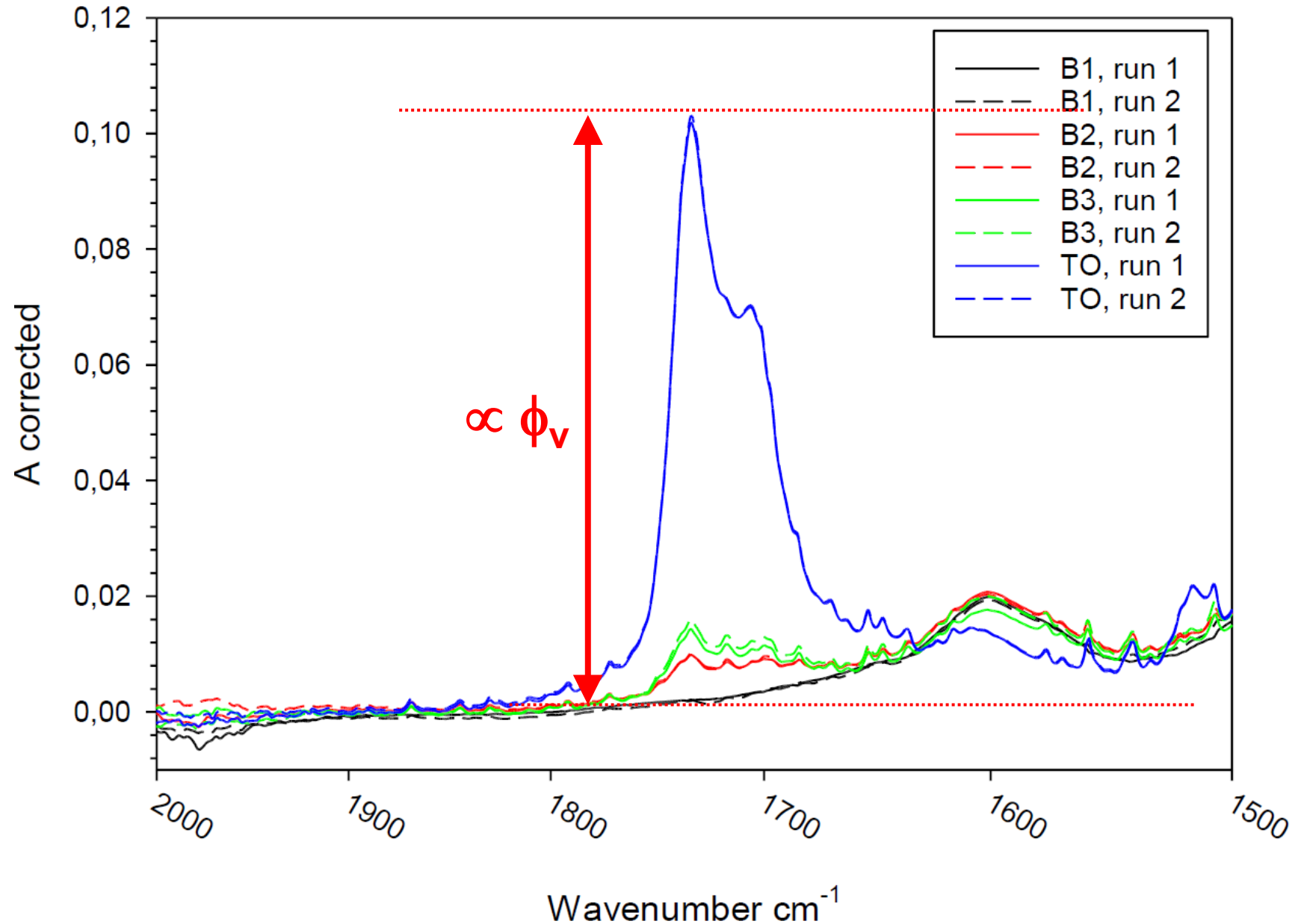
Mengde TOP kan bestemmes ved:

TOP-absorbans

$$\phi_V = \frac{A_X - A_{B1}}{A_{TO} - A_{B1}}$$

Massefraksjon

$$\phi_m = \frac{\phi_V \cdot d_{TO}}{\phi_V \cdot (d_{TO} - d_B) + d_B}$$



FTIR-resultater (runde 1)

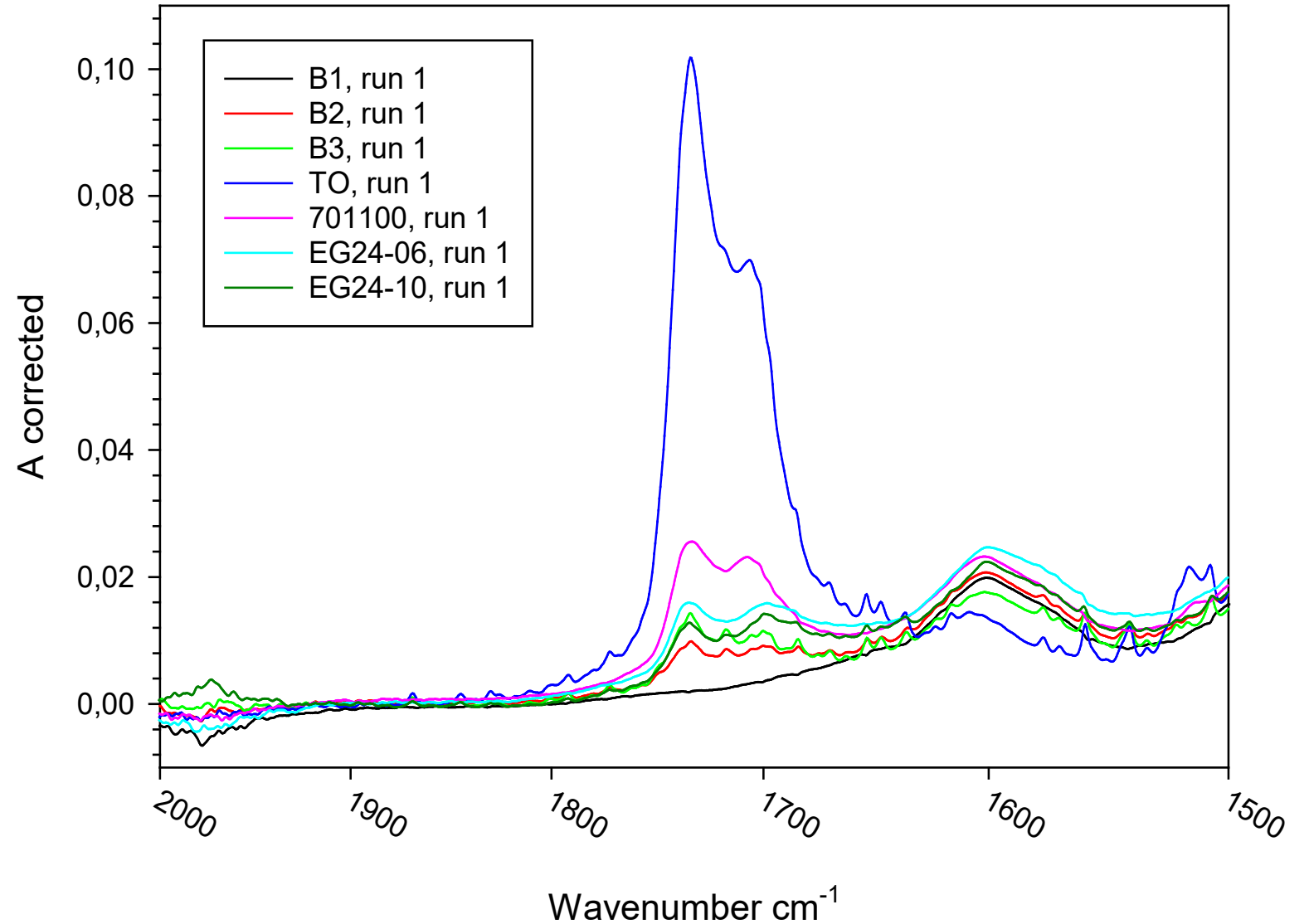
FTIR-resultater

Sample	A (1734 cm ⁻¹)	A _{corrected} (1734 cm ⁻¹)	ϕ (%)	ϕ_m (%)
B1 run 1	0,0046	0,0019	-0,102	-0,095
B1 run 2	0,0069	0,0021	0,102	0,095
B2 run 1	0,0122	0,0099	7,81	7,32
B2 run 2	0,0128	0,0101	8,05	7,55
B3 run 1	0,0183	0,0143	12,2	11,5
B3 run 2	0,0199	0,0161	14,0	13,1
TO run 1	0,1060	0,1019	99,4	99,4
TO run 2	0,1067	0,1031	100,6	100,6

FTIR-resultater (runde 2)



Prøve	Oppgitt mengde	Resultat
B1	Neat bitumen	
B2	5% TOP	9%
B3	9.5% TOP	15.6%
EG24-06	8%	13.5%
EG24-10	?	5.5%
70/100	17.5%	21.9%
TO(P)	TOP	TOP

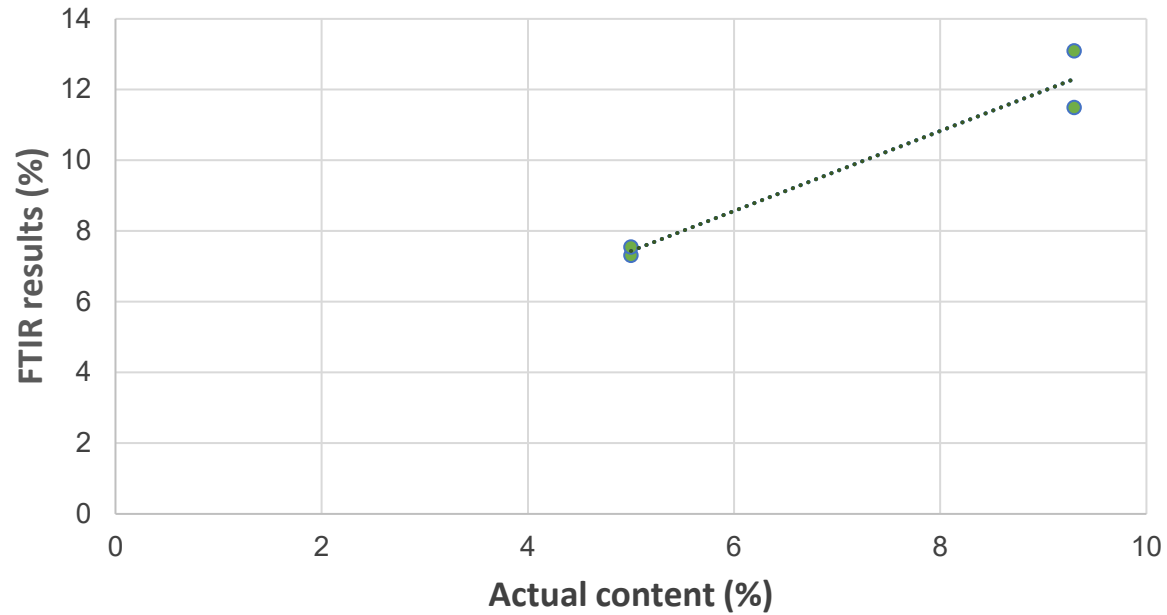


FTIR-korrelasjonsresultater



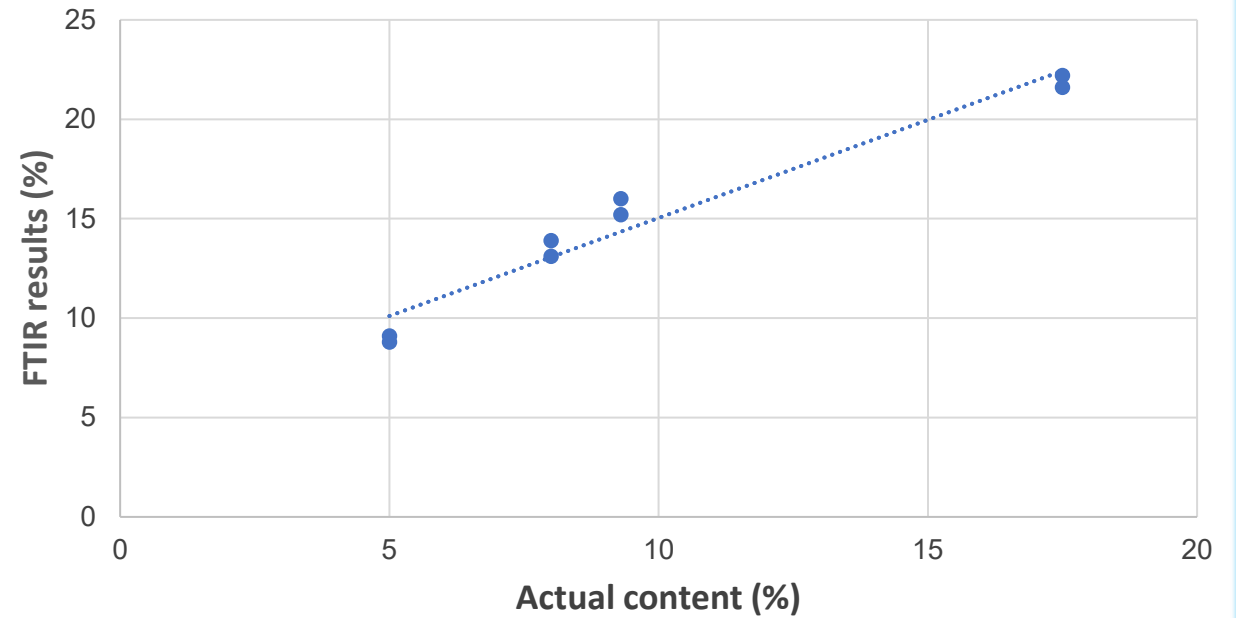
$R^2 = 0,9477$

FTIR serie 1



$R^2 = 0,9563$

FTIR serie 2



Oppsummering og videre arbeid

- ▶ Flere ulike **biogene produkter** kommer inn i det norske markedet
- ▶ To lovende analysemetoder for **kvantifisering** av biogen tilsetning
- ▶ Arbeidet med **kvalitetssikring og utvikling** av metodene fortsetter i 2025
- ▶ **Samarbeid** med universiteter/andre kunnskapsmiljøer gir konkrete resultater



Takk for oppmerksomheten!

